

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-62616

⑬ Int. Cl.⁴

G 02 F 1/133
C 08 G 69/40

識別記号

3 1 7
NSP

庁内整理番号

8806-2H
7224-4J

⑭ 公開 昭和64年(1989)3月9日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全9頁)

⑮ 発明の名称 液晶表示素子

⑯ 特 願 昭62-219956

⑰ 出 願 昭62(1987)9月2日

⑱ 発 明 者 南 沢 寛 千葉県市原市五井南海岸14番地 日立化成工業株式会社五井工場内
⑱ 発 明 者 森 永 喬 千葉県市原市五井南海岸14番地 日立化成工業株式会社五井工場内
⑱ 発 明 者 花 房 和 人 千葉県市原市五井南海岸14番地 日立化成工業株式会社五井工場内
⑱ 発 明 者 福 島 利 明 千葉県市原市五井南海岸14番地 日立化成工業株式会社五井工場内
⑲ 出 願 人 日立化成工業株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号
⑳ 代 理 人 弁理士 若 林 邦 彦
最終頁に続く

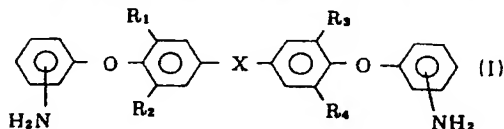
明 細 書

1. 発明の名称

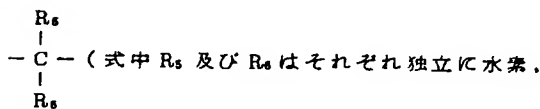
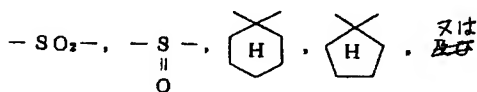
液晶表示素子

2. 特許請求の範囲

1. 液晶表示素子の配向制御膜が、一般式(I):

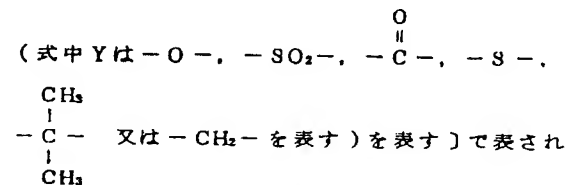
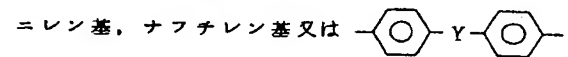


〔式中 R₁, R₂, R₃ 及び R₄ はそれぞれ独立に水素, 低級アルキル基, 低級アルコキシ基又はハロゲンを表し, X は結合, -O-, -S-, -C(=O)-,



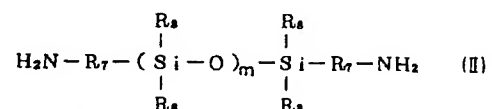
は p-フェニレン基, m-フェニレン基, ジフェニレン基, ナフチレン基又は

は p-フェニレン基, m-フェニレン基, ジフェニレン基, ナフチレン基又は



る芳香族ジアミンを必須成分とするジアミンと、芳香族ジカルボン酸及び/又はこの反応性ジカルボン酸誘導体とを反応させて得られる芳香族ポリエーテルアミド重合体を含有する膜を、ラビング処理後に重合体のガラス転移点以上の温度で熱処理したものからなる液晶表示素子。

2. ジアミンがジアミンの総量に対して一般式(II):



〔式中、複数の R₇ はそれぞれ独立に二価の炭化水

素基を表し、複数の R_3 はそれぞれ独立に一価の炭化水素基を表し、 m は1以上の整数を表す]で表されるジアミノシロキサンを0.2~40モル%含有する特許請求の範囲第1項記載の液晶表示素子。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、液晶表示素子の配向制御膜が、特定の配向制御膜に特定の処理を施したものである視角特性や応答速度に優れた液晶表示素子に関する。

(従来の技術)

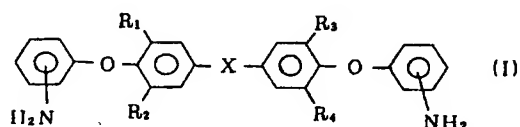
液晶表示素子のプレチルト角は、素子の視角特性や応答速度等に影響を与えるが、従来の樹脂系の配向制御膜(ポリビニルアルコール、フッ素樹脂、シリコン樹脂、ポリアミド樹脂、ポリアミドイミド樹脂、ポリイミド樹脂等をラビング処理して使用)では、プレチルト角を1.5度未満とすることは困難であつた。また、たとえプレチルト角が1.5度未満と低くなつたとしても、安定性が悪く、作業性、工程管理が難しく、実際には、

1.5度以上と高く、満足できるものではない。

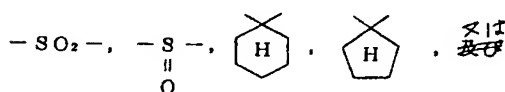
従つて、本発明は、前記のような問題点を解決し、オフセット印刷、フレキソ印刷等のパターン印刷が可能で、プレチルト角が1.5度以下の安定した液晶表示素子を提供することを目的としてなされたものである。

(問題点を解決するための手段)

本発明は、液晶表示素子の配向制御膜が、一般式(I)：



[式中 R_1 、 R_2 、 R_3 及び R_4 はそれぞれ独立に水素、低級アルキル基、低級アルコキシ基又はハロゲンを表し、Xは結合、 $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{C}(=\text{O})-$ 、

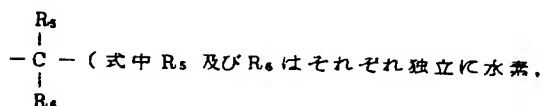


使用できない場合が多かつた。

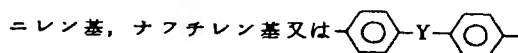
(発明が解決しようとする問題点)

従来から採用されている SiO_2 等の酸化物を斜方蒸着する配向処理方法は、プレチルト角が低く、安定した素子を作製することに優れているが、バッチ処理が必要となり、設備、時間的に製造コストが高くなり、製品としては、現実的ではない。更に、この方法は、最近の傾向である大型化、カラー化に適さない。また、現在一般に使用されているポリイミド系の配向制御膜は、プレチルト角が1.5度以上あり、黄褐色を帯びるために表示品質が落ちるばかりでなく、イミド環の開環縮合を完了させるために300℃以上で30分以上の熱処理を伴うので、カラーフィルターを内蔵している場合には、変色が起こつてしまい、用途が限定されてしまう。

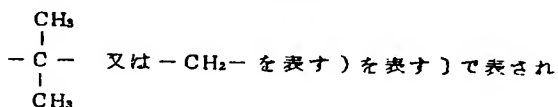
特開昭58-37621号公報には、配向処理膜として、芳香族ポリエーテルアミドを用いる液晶表示素子が示されている。この方式は、作業性には優れているが、このままではプレチルト角が



低級アルキル基、トリフルオロメチル基、トリクロロメチル基又はフェニル基を表す)を表し、Arはp-フェニレン基、m-フェニレン基、ジフェ



(式中Yは $-\text{O}-$ 、 $-\text{SO}_2-$ 、 $-\text{C}(=\text{O})-$ 、 $-\text{S}-$ 、



る芳香族ジアミンを必須成分とするジアミンと、芳香族ジカルボン酸及び/又はこの反応性ジカルボン酸誘導体とを反応させて得られる芳香族ポリエーテルアミド重合体を含有する膜を、ラビング処理後に重合体のガラス転移点以上の温度で熱処理したものからなる液晶表示素子に関する。

本発明において使用される一般式(I)で表される

シ)フェニル]プロパン, 3,3-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ペンタン, 1,1-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス[3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサクロロ-2,2-ビス[3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 3,3-ビス[3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ペンタン, 1,1-ビス[3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス[3,5-ジブromo-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサクロロ-2,2-ビス[3,5-ジブromo-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 3,3-ビス[3,5-ジブromo-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ペンタン, 1,1-ビス[3,5-ジブromo-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 2,2-ビス

[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ブタン, 2,2-ビス[3-メチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ブタン, 2,2-ビス[3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ブタン, 2,2-ビス[3,5-ジブromo-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]ブタン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス[3-メチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン, 1,1-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]シクロヘキサン, 1,1-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]シクロペンタン, ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]スルホン, ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エーテル, ビス[4-(3-アミノフェノキシ)フェニル]スルホン, 4,4'-カルボニルビス(p-フェニレンオキシ)ジアニリン, 4,4'-ビス(4-アミノフェノキシ)ビフェニル等がある。これらのうちでは, 2,2-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパンが代表的である。必要に応じて上記の芳

香族ジアミンの混合物を用いることもできる。

ジアミン中の必須成分である一般式(I)で表される芳香族ジアミンの使用量はジアミンの総量を基準として15モル%以上であることが好ましい。

必須成分である一般式(I)で表される芳香族ジアミン以外に, 他の芳香族ジアミンを併用してもよい。他の芳香族ジアミンとしては, 例えばm-フェニレンジアミン, p-フェニレンジアミン, 4,4'-ジアミノジフェニルメタン, 4,4'-ジアミノジフェニルエーテル, 4,4'-ジアミノジフェニルスルホン, 2,2-(4,4'-ジアミノジフェニル)プロパン, 4,4'-ジアミノジフェニルスルフィド, 1,5-ジアミノナフタリン, 4,4'-ジアミノジフェニルエタン, m-トルエンジアミン, p-トルエンジアミン, 3,4'-ジアミノベンズアニリド, 1,4-ジアミノナフタリン, 3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミノジフェニル, ベンジジン, 4,4'-ジアミノジフェニルアミン, 4,4'-ジアミノジフェニル-N-メチルアミン, 4,4'-ジアミノジフェニル-N-フェニルアミン, 3,3'-ジアミノジフ

フェニルスルホン, 4,4'-ジアミノジフェニルジエチルシラン, 4,4'-ジアミノジフェニルシラン, 2,2-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン等があり, これらを少なくとも1種使用する。

他の芳香族ジアミンの使用量は, 耐溶剤性及び着色性の点からは, 好ましくは50モル%以下, 特に好ましくは30モル%以下(ジアミンの総量を基準とする)である。

また, 公知の脂肪族ジアミン, 例えばビヘラジン, ヘキサメチレンジアミン, ヘプタメチレンジアミン, オクタメチレンジアミン, ノナメチレンジアミン, デカメチレンジアミン, p-キシリレンジアミン, m-キシリレンジアミン, テトラメチレンジアミン, ドデカメチレンジアミン, 4,4'-ジメチルヘプタメチレンジアミン, 3-メチルヘプタメチレンジアミン, 2,1,1-ジアミノドデカン, 1,1,2-ジアミノオクタデカン等を前記一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンと併用することができる。

上記脂肪族ジアミンの使用量は、好ましくは50モル%以下(ジアミンの総量を基準とする)である。

本発明において使用される芳香族ジカルボン酸としては公知の任意のものが有用であり、例えば、テレフタル酸、イソフタル酸、4,4'-ジフェニルエーテルジカルボン酸、4,4'-ジフェニルスルホンジカルボン酸、1,5-ナフタリンジカルボン酸等が挙げられる。

本発明において使用される反応性ジカルボン酸誘導体としては、前記した芳香族ジカルボン酸の無水分及びハロゲン化物がある。芳香族ジカルボン酸の無水物としては、例えば、無水フタル酸等が挙げられ、また、芳香族ジカルボン酸のハロゲン化物としては、例えば、テレフタル酸ジクロリド、テレフタル酸ジブロミド、イソフタル酸ジクロリド、イソフタル酸ジブロミド、4,4'-ジフェニルエーテルジカルボン酸ジブロミド、4,4'-ジフェニルスルホンジカルボン酸ジクロリド、4,4'-ジフェニルジカルボン酸ジブロミド、1,5-ナ

フタレンジカルボン酸ジクロリド、1,5-ナフタレンジカルボン酸ジブロミド等が挙げられる。

上記芳香族ジカルボン酸及びこの反応性ジカルボン酸誘導体は、少くとも1種使用される。

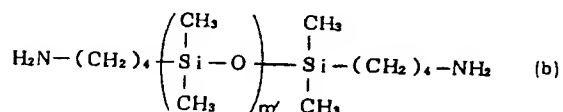
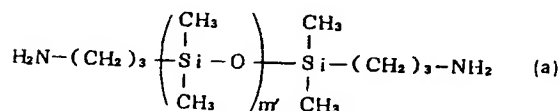
ジアミンと芳香族ジカルボン酸及び/又は反応性芳香族ジカルボン酸誘導体の配合割合は、好ましくは前者1当量に対して、後者0.9~1.2当量の範囲に設定される。上記範囲を外れると、高分子量のものが得られにくく、樹脂状を呈さないオリゴマー程度のものしか得られなくなる傾向にある。特に好ましくは、前者のジアミン1当量に対して後者の芳香族ジカルボン酸及び/又は反応性ジカルボン酸誘導体を0.97~1.03当量の範囲とする。特に等当量の場合は、目的芳香族ポリエーテルアミド重合体の分子量は、最大のものが得られる。

本発明において、ジアミン成分として一般式(II)で表わされるジアミノシロキサンをガラス基板との接着力を向上させるために前記一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンと併用してもよい。

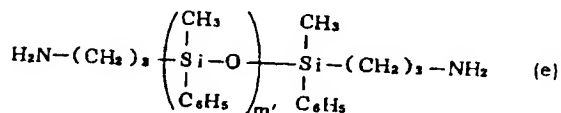
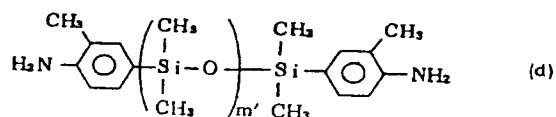
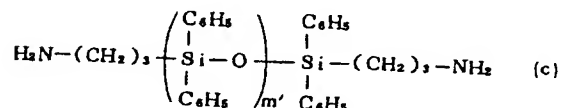
一般式(II)中の複数個のR₁は、炭素原子数1~5

のアルキレン基、フェニレン基又はアルキル置換フェニレン基であるのが好ましい。また、一般式(I)中の複数個のR₂は炭素原子数1~5のアルキル基若しくはアルコキシ基、フェニル基又はアルキル置換フェニル基であるのが好ましい。一般式(I)中のmは、100以下であるのが好ましい。mが100を超えると、得られる重合体中のアミド結合が低下し、耐熱性が低下する傾向となる。

該ジアミノシロキサンとしては、例えば下記の化合物が挙げられる。



以下示す



ただし、上記式中m'は、1~100の範囲の数である。ジアミノシロキサンのうち、上記式(a)中、m'が1のもの、平均20のものと及び平均50のものは、各々、LP-7100、X-22-161A及びX-22-161C(いずれも信越化学工業(株)の商品名)として市販されている。これらのジアミノシロキサンを1種又は2種以上用いることができる。

ジアミノシロキサンは、ジアミンの総量に対して0.2~4.0モル%ジアミン中に含有されること

が好ましい。ガラス基板との接着力を充分に向上させるためには0.2モル%以上が好ましく、一方40モル%を超えると耐熱性が低下する傾向がある。

本発明において、芳香族ポリエーテルアミドを得るための反応に際して既に公知のアミンと酸との反応に用いられる方法をそのまま採用することができ、諸条件等についても、特に限定されるものではない。例えば、界面重縮合法、溶液重縮合法、熔融重縮合法等によつて達成することができる。界面重縮合法に際しては、後述の公知の水溶性中和剤が用いられる。また、溶液重縮合法の場合には、トリエチルアミン、ピリジン、トリブチルアミン等の公知の第三級アミンから成る中和剤が使用される。界面重縮合法及び溶液重縮合法においては、反応溶剤が用いられるが、この溶剤としては、ジアミン又は芳香族ジカルボン酸及び／又は反応性芳香族ジカルボン酸誘導体のうち、少なくとも一方、好ましくは両方を溶解しうるものでなければならない。界面重縮合法において使用する

ルボン酸誘導体を溶解する溶剤は、より高度に脱水したものをを用いるとよい。特に、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、N-メチル-2-ピロリドン等の極性溶剤を用いて溶液重縮合する場合には、助溶剤として、2〜10重量%の塩化リチウム、塩化カルシウム、ロダンカルシウム等を加えて合成すると、著しく溶解性が増し、好都合である。

本発明に使用する芳香族ポリエーテルアミド重合体は、ジメチルホルムアミド0.2重量%溶液として30℃での還元粘度が0.3〜2.0 dl/gであるのが好ましい。この還元粘度が小さすぎると、耐溶剤性が低下し、大きすぎると、極性溶剤への溶解が低下しやすくなる。

配向制御膜用の溶剤としては、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、N-メチル-2-ピロリドン、ジメチルイミダゾリジノン及びシクロヘキサノン等の単独又はこれらの混合溶剤、更に前記芳香族ポリエーテルアミド重合体を溶解しうる他の溶剤を混合し

のに特に有効な反応溶剤の代表例としては、シクロヘキサノンがある。その他に使用しうる溶剤を幾つか例示すると、塩化メチレン、トリクレン、パークレン、二塩化エタン、ニトロベンゼン、クロロホルム、四塩化炭素、ジイソブチルケトン、アセトフェノン、p-メチルアセトフェノン等がある。

溶液重縮合法に使用する反応溶剤としては、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、N,N-ジエチルホルムアミド、N,N-ジエチルアセトアミド、N,N-ジメチルメトキシアセトアミド、ジメチルスルホキシド、N-メチル-2-ピロリドン、ピリジン、ジメチルスルホン、ヘキサメチルホスホルアミド、テトラメチルスルホン、ジメチルテトラメチレンスルホン、1,3-ジメチルイミダゾリジノン等が好ましい。

反応溶剤は、溶解操作を容易にするなど、必要に応じて2種以上混合して用いることができる。また、可及的に高分子量のものを得る場合には、芳香族ジカルボン酸及び／又は反応性芳香族ジカ

ルボン酸誘導体を溶解する溶剤は、より高度に脱水したものをを用いるとよい。特に、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、N-メチル-2-ピロリドン等の極性溶剤を用いて溶液重縮合する場合には、助溶剤として、2〜10重量%の塩化リチウム、塩化カルシウム、ロダンカルシウム等を加えて合成すると、著しく溶解性が増し、好都合である。

また、基板との定着性を強めるために、市販のカップリング剤、例えば、シラン系、チタネート系等のカップリング剤を使用することができる。

本発明によれば、本発明に使用する芳香族ポリエーテルアミド重合体を特定の溶剤に溶解し、これを酸化インジウム等の透明導電性膜を有する基板に塗布し、乾燥した後、ラビングし、更にガラス転移点以上の温度で加熱処理することにより配向制御膜を得る。前記乾燥は通常100〜300℃で行うが、ここでは100〜200℃でも十分である。形成する膜厚は、100〜3000Å、好ましくは100〜2000Åである。ガラス転

移点以上の温度の加熱処理は、熱分解開始温度に達しない温度で行うことができ、特にガラス転移点より5～100℃高めの温度で行うのが、作業工程上好ましい。熱処理時間は、特に制約されないが、5分以上行えば充分である。こうして作製した2枚の基板の配向制御膜を対向させて平行に配置し、その間に液晶を封入させることにより、満足な特性を有する液晶表示素子を完成することができる。

本発明の液晶表示素子においては、一般に、液晶の配向性はもちろん良好であり、プレチルト角も1.5度以下となり、膜の屈折率が高いことから、透明電極のパターンが無点灯時でも見える（ネサ見え）現象が低く、また、膜自体の着色もほとんどないことにより、コントラストの良好な明るい素子を完成することができる。

（実施例）

次に、実施例に基づいて本発明を詳述するが、本発明はこれに限定されるものではない。

なお、液晶表示素子の配向性の評価には、ギャ

量に対する割合（以下「ジアミノシロキサン濃度」と略す）は10.8モル%の20重量%シクロヘキサノン溶液を、酸クロリドとジアミンが等モルになるような割合で、10重量%水酸化ナトリウム水溶液の存在下に混合して、酸クロリドとジアミンを反応させ、得られた芳香族ポリエーテルアミド重合体を単離した。これを再びジメチルホルムアミドに溶解し、これをメタノール中に投入して芳香族ポリエーテルアミド重合体を単離する精製法を3回行つた。この重合体の還元粘度(η_{sp}/c)（ジメチルホルムアミド0.2重量%溶液、30℃で測定、以下同様）は、0.8dl/gであつた。また、この重合体のTgは、250℃であつた。

この重合体3gをN-メチルピロリドンとブチルセロソルブアセテートの6：4混合物97gに溶解し、3重量%ワニスを作製した。

こうして得た重合体ワニスを十分に洗浄した透明導電性膜を有するガラス板上にスピナーを用いて2500 r.p.m.で均一に塗布した後、150℃で30分間乾燥して溶剤を蒸発させ、厚膜800

μmのTNセル（90°ツイスト）を使用し、偏光顕微鏡による目視判定を行い、ドメイン又はマイクロドメインが観察される不良配向のものは×、ドメイン又はマイクロドメインが認められない配向が良好なものは○とした。また、プレチルト角の測定には、ギャップが25μmの平行セルを使用し、ジャーナル・オブ・アプライド・フィジクス（Journal of Applied Physics）、第9巻（1980）、No 10、第2013～4頁に記載されている方法により測定した。また、配向膜材のガラス転移温度（Tg）の測定には、動的粘弾性スペクトルを用いた。

実施例1

テレフタル酸ジクロリド50重量%とイソフタル酸ジクロリド50重量%から成る酸クロリド混合物の10重量%シクロヘキサノン溶液及びビス〔4-（4-アミノフェノキシ）フェニル〕スルホン95重量%と1,3-ビス（アミノプロピル）テトラメチルジシロキサン5重量%から成るジアミン混合物〔ジアミノシロキサンのジアミンの結

晶の膜を形成した。この膜をフェルトで一定方向にラビングし、配向制御膜を有するガラス基板を作製した。この基板を260℃又は290℃で所定の時間熱処理し、これを用いて液晶セルを作製（液晶は、メルク社製、ZLI-1132を使用）し、素子を評価し、結果を第1表に示す。

第 1 表

処理 評価 項目	熱処理 なし	260℃ 10分	260℃ 1時間	260℃ 2時間	290℃ 10分	290℃ 1時間	290℃ 2時間
配向性	○	○	○	○	○	○	○
プレチルト角	1.7°	0.6°	0.6°	0.6°	0.6°	0.6°	0.6°

実施例2

テレフタル酸ジクロリドの10重量%シクロヘキサノン溶液及び2,2-ビス〔4-（4-アミノフェノキシ）フェニル〕プロパン95重量%と1,3-ビス（アミノプロピル）テトラメチルジシロキサン5重量%から成るジアミン混合物（ジアミノシロキサン濃度は10.3モル%）の20重量%シクロヘキサノン溶液を、酸クロリドとジアミン

特開昭64-62616(8)

作製した。この基板を250℃又は280℃で所定の時間熱処理し、これを用いて液晶セルを作製（液晶は、メルク社製、ZLI-1132を使用）し、素子を評価し、結果を第2表に示す。

第2表

項目 評価項目	熱処理 なし	250℃ 10分	250℃ 1時間	250℃ 2時間	280℃ 10分	280℃ 1時間	280℃ 2時間
配向性	○	○	○	○	○	○	○
プレチルト角	1.7°	0.5°	0.5°	0.5°	0.5°	0.5°	0.5°

実施例3

テレフタル酸ジクロリド70重量%とイソフタル酸ジクロリド30重量%から成る酸クロリド混合物の10重量%シクロヘキサノン溶液及び1,1-ビス〔4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕シクロヘキサノン90重量%と1,3-ビス(アミノプロピル)テトラメチルジシロキサン10重量%から成るジアミン混合物(ジアミノシロキサン濃度は21.0モル%)の20重量%シクロヘキサノン溶液を、酸クロリドとジアミンが等モルになる

が等モルになるような割合で、10重量%水酸化ナトリウム水溶液の存在下に混合して、酸クロリドとジアミンを反応させ、得られた芳香族ポリエーテルアミド重合体を単離した。これを再びN-メチルピロリドンに溶解し、これをメタノール中に投入して芳香族ポリエーテルアミド重合体を単離する精製法を3回行つた。この重合体の還元粘度(η_{sp}/c)は、0.9dl/gであつた。また、この重合体のT_gは240℃であつた。

この重合体3gをN-メチルピロリドンとブチルセロソルブアセテートの7:3混合物97gに溶解し、更にア-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン0.3gを添加し、3重量%ワニスを作製した。

こうして得た重合体ワニスを十分に洗浄した透明導電性膜を有するガラス板上にスピナーを用いて2500r.p.m.で均一に塗布した後、150℃で30分間乾燥して溶剤を蒸発させ、膜厚900Åの膜を形成した。この膜をフェルトで一定方向にラビングし、配向制御膜を有するガラス基板を

ような割合で、10重量%水酸化ナトリウム水溶液の存在下に混合して、酸クロリドとジアミンを反応させ、得られた芳香族ポリエーテルアミド重合体を単離する精製法を3回行つた。この重合体の還元粘度(η_{sp}/c)は1.0dl/gであつた。また、この重合体のT_gは230℃であつた。

この重合体3gをN,N-ジメチルアセトアミド97gに溶解し、更にア-グリシドキシプロピルトリエトキシシラン0.5gを添加し、3重量%ワニスを作製した。

こうして得た重合体ワニスを十分に洗浄した透明導電性膜を有するガラス板上にスピナーを用いて2500r.p.m.で均一に塗布した後、150℃で30分間乾燥して溶剤を蒸発させ、膜厚1000Åの膜を形成した。この膜をフェルトで一定方向にラビングし、配向制御膜を有するガラス基板を作製した。この基板を260℃又は290℃で所定の時間熱処理し、これを用いて液晶セルを作製（液晶は、メルク社製、ZLI-1132を使用）し、素子を評価し、結果を第3表に示す。

第3表

処理 評価項目	熱処理 なし	260℃ 10分	260℃ 1時間	260℃ 2時間	290℃ 10分	290℃ 1時間	290℃ 2時間
配向性	○	○	○	○	○	○	○
プレチルト角	1.8°	0.6°	0.6°	0.6°	0.6°	0.6°	0.6°

実施例4

テレフタル酸ジクロライドの10重量%シクロヘキサノン溶液および1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス〔4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕プロパン95重量%と1,3-ビス(アミノプロピル)テトラメチルジシロキサン5重量%からなるジアミン混合物(ジアミノシロキサン濃度10.3モル%)の20重量%シクロヘキサノン溶液を酸クロライドとジアミンが等モルになるような割合で10重量%水酸化ナトリウム水溶液存在下に混合して酸クロライドとジアミンを反応させ、得られた芳香族ポリエーテルアミド重合体を単離した。これを再び、N-メチルピロリドンに溶解し、これをメタノール中に投入して芳香族

第 4 表

評価項目	熱処理なし	250℃ 10min	250℃ 1hr	250℃ 2hr	280℃ 10min	280℃ 1hr	280℃ 2hr
配向性	○	○	○	○	○	○	○
プレチルト角	2.9°	0.7°	0.7°	0.7°	0.7°	0.7°	0.7°

(発明の効果)

本発明になる液晶表示素子は視角特性や応答速度に優れたものである。

代理人 弁理士 若 林 邦 彦

ポリエーテルアミド重合体を単離する精法を3回行つた。この重合体の還元粘度(η_{sp}/c)は0.9 dl/gであつた。また、この重合体の T_g は240℃であつた。

この重合体3gをN-メチルピロリドンとブチルセロソルブアセテートの7:3混合物97gに溶解し、さらに、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン0.3g添加し、3重量%ワニスを作製した。

こうして得た重合体ワニスを十分に洗浄した透明導電膜を有するガラス板上にスピナーを用いて2500 r.p.m.で均一に塗布した後、150℃で30分間乾燥して溶剤を蒸発させ、膜厚900Åの配向制御膜を形成した。この膜をフェルトで一定方向にラビングし、配向制御膜を有するガラス基板を作製した。この基板を250℃又は280℃で所定の時間熱処理したものを用いて液晶セルを作製(液晶はメルク社製ZLI-1132を使用)し、素子を評価し、結果を第4表に示す。

第1頁の続き

⑦発明者 野村 好弘 千葉県市原市五井南海岸14番地 日立化成工業株式会社五井工場内